This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problems Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER

60081256

PUBLICATION DATE

09-05-85

APPLICATION DATE

12-10-83

APPLICATION NUMBER

58190370

APPLICANT: SHIN ETSU CHEM CO LTD:

INVENTOR:

SATO KAZUHARU:

INT.CL.

C09D 3/82 C08J 7/04

TITLE

COATING COMPOSITION

PURPOSE: A coating composition, obtained by incorporating a mixture of an ethyltrialkoxysilane with a trialkoxysilane, etc. or further a cohydrolyzate thereof with silicic acid anhydride in a specific proportion, capable of giving films having improved abrasion and weather resistance and flexibility, and useful for molded plastic articles.

CONSTITUTION: A coating composition obtained by incorporating (A) 100pts.wt. mixture consisting of (i) 100~30wt% ethyltrialkoxysilane of the formula C₂H₅Si(OR¹)₃ (R1 is 1~4C alkyl) with (ii) 70~0wt% trialkoxysilane of the formula R²Si(OR¹)₃ (R² is H, methyl, vinyl or phenyl) and (iii) 30~0wt% organosilicon compound of the formula [R3 and R4 are alkyl; R⁵ and R⁶ are (substituted) monofunctional hydrocarbon; A is bifunctional hydrocarbon or a bifunctional organic group containing oxygen or sulfur; a and b are 2 or 3] or a cohydrolyzate thereof with (B) 200~50pts.wt. colloidal silica

COPYRIGHT: (C) JPO

containing 10~50wt% silicic acid anhydride.

COATING COMPOSITION

Title:

Patent Number: JP60081256

Publication date: 85-05-09

Inventor(s): HINOTO YUUJI; others: 03

Applicant(s): SHINETSU KAGAKU KOGYO KK

Application Number: JP830190370 831012

Priority Number(s):

IPC Classification: C09D3/82, C08J7/04

Requested Patent: JP60081256

Equivalents:

Abstract

PURPOSE: A coating composition, obtained by incorporating a mixture of an ethyltrialkoxysilane with a trialkoxysilane, etc. or further a cohydrolyzate thereof with silicic acid anhydride in a specific proportion, capable of giving films having improved abrasion and weather resistance and flexibility, and useful for molded plastic articles.

CONSTITUTION:A coating composition obtained by incorporating (A) 100pts.wt. mixture consisting of (i) 100-30wt% ethyltrialkoxysilane of the formula C2H5Si(OR<1>)3 (R<1> is 1-4C alkyl) with (ii) 70-0wt% trialkoxysilane of the formula R<2>Si(OR<1>)3 (R<2> is H, methyl, vinyl or phenyl) and (iii) 30-0wt% organosilicon compound of the formula [R<3> and R<4> are alkyl; R<5> and R<6> are (substituted) monofunctional hydrocarbon; A is bifunctional hydrocarbon or a bifunctional organic group containing oxygen or sulfur; a and b are 2 or 3] or a cohydrolyzate thereof with (B) 200-50pts.wt. colloidal silica containing 10-50wt% silicic acid anhydride.



昭60-81256

[®]公開特許公報(A)

識別記号

庁内整理番号

母公開 昭和60年(1985)5月9日

C 09 D C 08 J 3/82 7/04

@Int Cl.4

6516-4J 7446-4F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

❷発明の名称 被覆用組成物

> **2)** 関 昭58-190370

经出 颐 昭58(1983)10月12日

母発 明 者 日戸 治

安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリコ

ーン電子材料技術研究所内 砂発 明 者 费 部 曹

久 司

安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリコ

ーン電子材料技術研究所内 砂発 明 者 水

安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリコ

ーン電子材料技術研究所内

の発明 者 佐 和治

iπ

安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリコ

ーン電子材料技術研究所内

犯出 附 人 信越化学工業株式会社 砂代 理 人

弁理士 山本 亮一

東京都千代田区大手町2丁目6番1号

1. 発明の名称

被应用组成物

- 2. 特許請求の顧訊
 - LA] I) 式 CaHa81(OR1)。 (ここにR1 は 次最故1~4のアルキル店)で示される エチルトリアルコキンシラン

100~30电话%

1) 式 R²Si(OR¹)。(ここにR¹ は前記 に同じ、民 は水素原子、メチル基、ビ ニル格またはフエニルは)で示されるト リアルコキシンラン 10~0虫は%

m 一切式 (R³O)a S1 - A - S1 (OR⁴)b (ここに R^{1} , R^{4} は何蠖または異様のア ルキル族、 R^{8} 。 R^{6} は同棲まだは最極の 非程确主たは政僚 1 循環化水磁站。 人口 2個次化水泉延または健若原子あるいは

硫黄原子を含有する 2 値の有機基、a, b は2または3)で示される何度けい祭化

30~0412%

からなるもの。またはこれらの共加水分解物 1 0 0 dr 14 mil

B)無水けい性を10~50gは%含パナるコ ロイダルシリカ 200~50余清彩 とからなることを特徴とする確認用程度物。

3. 発明の非相な説明

本語明は破壊用組成物。特には各様プラステン ク吸形品の表面破役材として好癖とされる財深に 性、耐険性、可能性にすぐれた破膜を与える破損 用シリコーン組成物に関するものである。

プラステック吸形品は現在各種の用途に広汎に 使用されているけれども、これらは硬度が低く、 射摩托性も小さいため、劣がつき易く、また射線 性にも劣るためにその用述が制視されるという不

利がある。そのた の種の成形品については、 その表面をメナルトリアルコキレレランの部分権 合物の低級偏妨波アルコール放中にコロイド状ン リカを分放させた破役剤でも埋する方法(特別昭 51-2736好公規移服」が担発されているが。 この方法で待られた破損は基水に浸渍すると、ひ び切れを生じ、またヒートショックに弱く、長時 脳勿外するとひび刺れを起すという欠点がある。 そしてこの改良方法として上記した方法において フェニルトリアルコキレレランを導入する方法し 特別昭53-130732特公程書限】。 シメチ ルジアルコキンシランを導入する方法(特別昭 53 - 9 2 8 4 4 特公規芯級】も世帯されているが、 この前者の方法はフエニルトリアルコキレシラン が3官能性シランであるため本質的に大きな改賞 効果は得られず、またひょチルひアルコキレレラ ンはその成加量を多くするとひび別れ防止効果は

は3)で示される何枝けい葉化合物 30~0 在遺% からなるもの、またはこれらの共知水分解物

伴られるが、この場合には基体との接着性がわる

100 代证部

5) 職水けい校を10~50単代%含有するコロ イダルシリカ 200~50歳最級 とからなることを特徴とするものである。

これを説明すると、本情明者のはアラスチック 収形品などの最高改賞のための親母用組成物について様々検討した情景。トリアンコキンシランを選択し、 して特にエナルトリアルコキンシランを選択し、 これに上記した人」一直)成分としての奇様な行 没けい命化合物と自」成分としてのコロイダルシ リカを確立してたる組成物でアラスチック成形品 を残ぼすると、この皮膚が可痛性、射候性、治費 性のすぐれたものとなるので、延米品におけるか び切れや吸引性不良という欠点が解決されるとい うことを見出し、これらの各成分およびその偽加 持爾昭 60-81256 (2) くなつて健康が、 るという欠点があった。 本格明はこのような不利を解決した被復用組成物に関するもので、これは

A) I) 式 C₂H₈ 81 (OR¹)₃ (ここに R¹ は炭素故 1~4のアルキル基)で示されるエチルト タアルコキレレラン

100-3084%

i) 式 R^2 $81(OR^1)$ s (ここに R^1 は前紀に 同じ。 R^2 は水素以子。メテル名。ビニル 落またはフエニル名)で示されるトリアル コキレレラン 70~0 乗場%

R⁸3-a R⁸3-b

i) 一般式 (R³O)_a S1-A-S1 (OR⁴)_b

(ここにR³ , R⁴は同様または環境のアル

キル族、R⁶ 。R⁴は同様または環境の非代 換または環境1 循環化水素系、Aは2 循環 化水素基または酸素原子あるいは硬黄原子 を含有する2 循の何度基。a , b は2 また

成などについても研究を應め本始明を完成させた。 本税明の被償用組成物を構成するA)成分はつ ぎのとおりである。

1) 成分は式 C2HaS1(OR1)。 で示されるもので、この R1 が 炭素数 1~4のアルキル基である。例 えばエチルトリメトキレンラン、エナルトリエトキンンラン、エチルトリイソプロポキンレラン、エチルトリイソプトキンシランなどのエチルトリオルガノンランのから選択される一棟またはこは以上の複合物であり。1) 成分は式 以1~4 のアルキル基、R2 が 水気似子、メチルな、ビニルなまたはフェニル属である。例えばトリメトキシシラン、トリニトキシンラン、メナルトリメトキシシラン、メナルトリエトキシンラン、ビニルトリメトキシンラン、ビニルトリストキンシラン、ビニルトリストキンシラン、フェニルトリストキンシラン、フェニルトリストキシンラン、フェニルトリストキンシランなどから選択される一種または二種以上

のアルコキレンランである。さらに、 N) 殴分は ま n^g N^g

(R³O)a-S1-A-S1-(OR°)b で示されるもので、R³、R°が同様または異様のアルキル基、R°、R°が同様または異様のアルキル基、R°、R°が同様または異様1 低灰化水系、Aが好ましくは次素数2~6の2 低灰化水炭 仏、 仮 最 以子または は 数 板子を 含 何 する 好ましくは 次 糸 は 3~10の2 低の 何 成 塩 と される もので、この A としては メテレン 基、エテレン 基、プロピレン 基などのアルキレン 基、または フェニレン 基などのアリーレン 基、あるいは これらの 系の 水 素 原子が 部分的にハログン 原子、アルキル基などで

双挽された店。さらには式

この ii) 成分としての上記した有機けい素化合 物は従来から知られている情々の方法で合成する ことができ、これは例えば

(ここにYはハロゲン原子またはアルコキン族) で示されるひまたはトリアルコキシンランと

X = Mg = A = Mg = X

(ここにXはハロゲン原子)で示されるグリニャ ール化合切とを気切させる方柱。

で示されるアルコキシモノハイドロジェンシラン と

式
$$R^{6}_{3-b}$$
 ($R^{6}O)_{b}$ $Si-R^{1}$

(ここに R⁷ は脂肪 変不的和結合含年1 延戌化水 素基) で示されるアルコキンシランとを白金系触 たは3であり、この式 N)で示される化合物としては下紀のものが例示される。

-сн, он, сн, -о-сн, он, сн, -.

以の存在下で付加反応させる方法。

(R³O)_a 81-R⁹-8H

JNカプトアルキル機計算アルコキレレランと上記式で示される。
(ここに R³ は 2 値段化水素期で示される脂肪族

不飽相結合含有 1 値段化水素基を含むアルコキレ
レランとを繋外線限射下または有機過酸化物の存在下で付加段応させる方法。 さらには上記式で示したアルコキレモノハイドロジェンシランと
式 R³-D-R¹⁰
(ここに R³ 、R¹⁰ は指航版不刻和結合計算 1 億 現化水素法、Dは 2 億 規化水素基または何素原子

(ここにR***)、R***は提携技术が自時合作有1係 現化水素基、Dは2個炭化水素族または酸素原子 含料2個の存機器)で示される化合物を白金系触 縦の存在下で付加度応させる方法などで合成する ことができる。

この A] 成分を構成する |)、 |)、 |)、 |) 成分の 日 成比は形成される皮質が |) 成分が 3 0 最積%以 ので 下では、クラックの発生しやすいものとなる 3 0 度減%以上が必須とされる。 () 、 () 成分は、

本規収物におい しも必須とされるものでは ないが、 1) 成分を視の地度を上げるためのもの で70単は%をこえると。できる膜がもろく。ま たクラックが発生しやすいものとなり。また 11) 式分は、既に可慎性を付与するために協加するも ので。この成分が30度な%以上ではできる皮は の逆度が低くなりすぎること。かつ反音性が高ち ることから30度豆%以下にすべきである。以上 より行ましい。

つぎに。本境明の組成物を構成するBJ成分と してのコロイダルレリカは、照水けい位を10~ 50 近过%含有するものとされるが、これは一般 に市暇されているルドックス(米国ジュポン社製 昭品名)、サイトン(米国モンサント社商品名)。 ナルコーク(米温ナルコ社製商品名)。スノーラ ツクス(日産化学社選商品名)などであつてもよ い。このコロイダルシリカの森加登はこれをA)

初間報60-81256(4) 成分100年 編集 対し50年 戦郎未満とすると 皮膜性能上、硬度的にやわらかくなり、また。ヒ ートショプクテストにおいてクラックが発生し試 くなるし、これを200重雑郷以上とすると皮膜 の外観においてくもり現象が見られるようになり。 透明性が失われてくる。また、コーナイング剤と してコロイグルレリカに含まれる水分のはが多く なるため、疲のライフが坦かくなるので。これは の範囲内とすることが必要とされるが、このもの は本角明の組成物を安定化させて、これから得ら れる皮膜の物性を向上させるということから粒子 ほが7~50≠m の箱阻のものとすることが好ま

> 本発明の組成物は、上記したAJ成分の1)。 1)、11)とB」成分をたんに混合するだけでもよ いが、好ましくは、まず人)波分を構成する()。 1)、1)成分を部分組合させておき、これに B]

成分を確加することによって過程される。この 船 分離合反応は、つぎに家加される3)成分である コロイダルシリカの位後によつて若干異なるけれ ども利益は溶量で3日間~1週間、40~60℃ で10~15時間とすればよい。また、この組成 羽はグル化筋止および消特性のすぐれた皮質を得 るという目的からはその pH を 3.0~8.0 がの程 弱とすることがよく、この pst 調格には一般には 年級、半級、プロピオン級、マンイン成などの行 は似で行うことが汗ましい。また。この引放羽は 一百分反応により剛生するアルコールを含有したも のとされるが、これには必要に応じ任意の任政治 例。水あるいはこれらの混合初を溶解または分析 させたものとしてもよく、この何は心剤としては **メタノール、エタノール、コープロパノール、イ** ソプナルアルコールなどの延設領方艇アルコール 俎、エテレングリコール、メナルセロソルブ、エ ナルセロソルブなどの多価アルコールまたはその

エステル、エーテルロ、アセトン、メテルエテル ケトン、テトラハイドロフラン。シオキサンなど の水俗性俗刺などが例示され。これらのうちでは 延辺段功能アルコール値、グリコールモノエスチ ル頂またはこれらの使合物が引ましいものとされ るが、これらを2種以上組み合わせて使用する場 合にはシロキサノールを確実に俗解させるという ことからその20~75貫証%を低級脂助破アル コールとすることが好ましい。なお、この相吸物 にはこの組成物によつて基体上に形成される皮質 の平所性を向上させる目的で様々な界面活性制。 例えばポリオキシアルキレングリコール・ジュチ ルシロキナン共取合体・K R - 3 4 1 [情略化学 工業社製、商品名)、フツ化アルキル系製剤活然 前・プロテートドロー340(亜瓜化学社製、値 品名)などをこの組成物に対して 0.0.2~ 0.1 度 36%の範囲で採加してもよい。また、この組成物 には気外段戦闘を応加してもよく、これによれ

は何えばこの組成物をポリストート表面に整 市したときにその表面の変色を防止することができ、この智外線吸収剤としてはベンソフェノン系、 トリアゾール系、サルテル酸系などが使用されるが、本発明の組成物との相応性という点からこれは は2.4 - ひとドロキレベンソフェノンとすることがよく、これはこの組成物に対し0.2~2.0 電量 %の範囲で毎加すればよい。

本発明の現成物はこれを表面改賞を目的とする 基材面にはけなり、浸液を布、回転を布、スプレーで布、流しなり、ローラーを布などで空布した のち、60~150での温度で30~120分間 加熱すると、すみやかに硬化して、耐候性、耐解 発性にすぐれた皮膜を与えるが、この空布には免 強後の皮膜の厚さが1.0~10 /mm となるように すればよい。この空頃は上記した加熱によって硬 化するが、これは脂肪酸のアルカリ金剛塩、第4 級アンモニクム塩、第4級アンモニクムハイドロ

特量時60- 81256(5)

本発明の組成物によつて森材画に形成される皮 板は A)成分がエテル基をもつものであり。とく に A 」 一 B) 成分が施加されていることから。す ぐれた可換性をもつているので折り曲げ加工する ことができるほか。これはまたひび別れ防止効果 をもつており。これに付続して耐熱性にすぐれた ものとなるので。この組成物はボリメタクリレー ト閉肝、ボリカーボネート樹脂、ボリ塩化ビニル 樹間、ボリステレン樹脂などからなる透明プラステ ナック板、プラステックレンズあるいはプラステ

ツクフイルムなどの表面改良材として利用とされるが、この配合組成、皮膜形成条件、ブライマー 処理などの店材の削処理条件を適宜選択すれば、 アルミニウム、鉄、料などの金銭面処理にも顕著 な効果を示す。

つぎに本発明の実施制をあげるが、例中の超は、 度以部を示したちのであり、例中における度膜の 物性は下記の方法による制定時間を示したもって ある。

1) 配择连续

1) スナールウールテスト

技役用組成物を基材面に使用して得た更複の表面を#○○○のスチールクールで強く びつて、傷の発生程度をしらべた。

a…場がつかない

b…若干切がつく

で…者しく何がつき帰属する

1)テーパ硬化テスト

ナーパ原発域験器(東洋構成製作所製)を用い、得宜500分の原発物(8-10)を 100回転させたのちに、ヘイズメーター(東洋構成製作所製)で創定した。

2) 優貴性(ゴバン目テスト)

被機用組成物の電布により形成された皮板上に1 24間隔で凝構に11 本型の傷を入れて1辺が1 24の正方形を100 個作り、この上に指揮テープ・セロテーブ(ニテバン社製、暗品名)を密養し、これを引きはがして例24 しないます目の数を放えた。

3) 前线性テスト

アトラスユフコン(東洋精験製作所製、商品 ギ)を用いて、紫外機職業時間10℃、8時間、 及機構選時間10℃、4時間を1サイクルとし、 このときの皮膜の劣化をゴバン目テストで行い、 到難するまでの時間を創定した。

4) 曲げ加工性

200年×1年の以来 1年のボリカーボネート版にプライマーPC-4(信息化学工業時製時品名)を生布して10分間風乾させたのち、ここに被収用型収物を生布し、120℃で60分間加熱して皮膜を作り、ついでこれを170℃で120秒間加熱した後、これを直径100年の円間型の丸板(木製)に合つて折り曲げて

そのときのクラックの発生を提供した。

实验例

第1投に示したはのエチルトリメトキシレラン、メチルトリメトキレシラン、シメチルシメトキレシラン、下記に示した人。B。C。D4倍の有機けい素化合物および酢酸1.6 邸とを現合し、水浴で始却したのち、慢伴しながら0~10でに保持し、これにコロイダルシリカ・スノーラックス(附出、平均柱後5~10mm)を徐々に適下し、酒下終了後蔵屋を10でに保持して4.5時間慢伴を行い、ついてこれにイソプロパノール100部。

つぎに上記で母た被債用組成物をポリメチルメ タクリレート・デラグラスA(選化成社製、機品 名)の仮の表面に浸放法により患而したのち。 80℃で120分配知為してこれを硬化させ、こ の硬化度機の特殊をしらべてところ、水学表に示 したとおりの需果が46れた。 特別時 60-81255 (6) 酢酸 2.3 形 x ま ボッス オ キ シェナレングリコール・ シスナルシロキサン共復合体 R R - 3 4 1 (利 出) 0.0 8 部を承加してから、これを資益下に 7 日間放産し結成して破積組成物 1 ~ 1 7 を作り、 さらに比較のために上紀においてエナルトリスト キ シ レ ラン x よ び ノ ま た は 有 成け い 素 化 合物 を 体 加しないで 被覆組成物 1 8 ~ 2 6 を 作った。

(有機けい累化合物)

3	# 2		-	~	m	4	S	9	~	20	σ.	10	=	1 2	m =	=	5	1 6	1.7	8-	6 [20	2.1	2 2	23	24	. 5 2	•
	Hサルトリ メトキンジ		2 1	3 1	6 3	2 1	- E	6 3	-	2 1	2 -	2 -	2 7	2 1	7	2 1	2 1	2 1	2 1	1	ł	0 1	1	2 1	2 1	2 1	- 61	
報に発	24412	N.	4.2		ı ı	24		1	31 T	÷1	2	N T	* * * * * * * * * * * * * * * * * * *	7	7	24	7	61	4 2	6.5	en 19	m		2	₽1 ¥	4 2	~ ~	
相低点	 	. . .	ı	1	1	 -	-	-	3.	£	1	ľ	1	ı	ì	1	1	1	1	1	1		-	ı	. 02	ı	1	
308	なけい	æ		1	1	1	i	1	1	ı	-	6 .	œ.	1	I	1	1	ı	ı	1	1	1	1	1	1	20	1	
股份用机吃的の品或主成分	TRU TARES	Ö	-	1	1	1	1	1	 	1			1		 o	18	 I	1	1	-	1	1	 I	1	1	1	20	
(PE)		Ω		ı	ı	1	ı	1	'	1	<u>_</u>	1	1	1	···	-	_	•	80	1	1	1	ı	1	1	ı	1	
	20192	£ 22	100	100	100	001	100	100	100	100	001	100	100	100	306	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
	27420		1	1	· · · · · ·	1	1	ı	ı	ı	i	ŧ	ı	1	ı	ì	ı	ı	1	'	10	ı	ı	ı	ı	ı	ι	

N iiil	射 深	€ £	接口性	温水试験(85℃/3時間)	為安定性	前ヒート	:	ளு <i>ட்ர</i>
112 h	スナールウール	テーパポモ テスト (へ1ズ (1%)	ゴバン目 (_{テスト})	n d	使責性 (ゴバンロテスト)	80℃ (200時間) 強	レヨツク竹	射线班	N I TE
, 1	۵	1. 0	100/ 100	及好	100/100	及好	良好	1450	э.
. 2	۵	1.3	~	•	-	•		1500	н
3	٥.	3.0	~	•	•	~		1650	В
g 4		1.1		*	-	~		1500	В
5	a	1.5	*		-	-	•	1350	Ð
6	b	3. 2	~	~	-	•	-	1600	в
7	а	1.4	•	•	- 1	~		1450	A
ag h	b .	4. 8	•	•	-		~	1510	A
. 9	a	1. 2	•	*	-	- ;		1350	В
10	۵	2.1 .	•	•	i - i			1410	Α.
1.1	3	3. 5	•	•	-	-		1380	Α.
, 12		1. 1	-	•	-	-		1499	B
1.3	۵	1. 6	•	•	-			1500	A
14	b	3. 7	,	•	-	•	•	1550	A
1.5	a	U. 9				•		1350	Ð
16	۵	1. 4		~		•		1400	A
17	ъ.	3. 8		•		. i		1550	-

世 20 a 1.3	Ü	2.3	c	1.5.1		•_			及行	750	
世 20 a 1.3		2.3		1.5.1			40 / 100			750	
20 4 1.3 ・ ・ 現 ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・	12	22	•	1. 2		•		14 of	クラック ヤト 発生	9 5 0	С
20 4 1.3 ・ ・ 現 ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・		21	•	1.0	-	•	•	クラフグで生	クラック 発生	850	o
19 4 0.8 " " 7777 7	比	20	•	1. 3	•	•			•	950	D
		19	۵.	0.8		•	•	クラブク	2277 ヤン発生	900	D